

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00102727.1

[43]公开日 2000 年 8 月 23 日

[11]公开号 CN-1263787A

[22]申请日 2000.2.18 [21]申请号 00102727.1

[30]优先权

[32]1999.2.18 [33]JP [31]40276/1999

[71]申请人 株式会社日本触媒

地址 日本大阪府

[72]发明人 水谷范昭 西村武 松本行弘

[74]专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

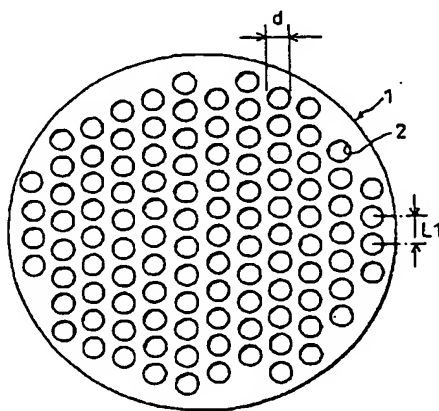
代理人 过晓东

权利要求书 3 页 说明书 21 页 附图页数 8 页

[54]发明名称 无降液管的多孔板,无降液管的多孔板塔及蒸馏方法

[57]摘要

本发明涉及一种无降液管的多孔板,其孔径  $d$  为 10—25mm,板厚为 2—8mm,开孔率为 10—30%,而且相邻两个孔的中心距离为  $1.2d—3d$ 。还涉及装有多块所述多孔板的无降液管的多孔板塔,其中垂直相邻设置的多孔板的间隔为  $0.1D—0.5D$  ( $D$  为塔径),各多孔板的水平公差低于 8mm,在相同的阶段使用多个多孔板时,分属相邻多孔板的两个最靠近的孔的中心距离为 50—150mm。本发明还涉及使用所述多孔板塔对易聚合的化合物或包含该化合物的液体进行蒸馏的方法。



ISSN 1008-4274

# 权 利 要 求 书

---

1、具有多个孔的无降液管的多孔板，其特征在于，相邻两个孔的中心距离在  $1.2d-3d$  的范围内，其中  $d$  为孔径。

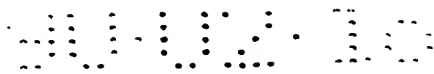
2、如权利要求 1 所述的无降液管的多孔板，其特征在于，  
所述孔径  $d$  在  $10-25\text{ mm}$  范围内，  
板厚在  $2-8\text{ mm}$  范围内，  
开孔率在  $10-30\%$  范围内。

3、如权利要求 1 或 2 所述的无降液管的多孔板，其特征在于，至少满足以下条件中的一种：

所述无降液管的多孔板的表面是平坦的，以及  
各孔的边缘在其上侧或下侧中的至少一侧形成为曲面的。

4、无降液管的多孔板塔，其包括在多个阶段处分别设置的多个无降液管的多孔板，所述无降液管的多孔板形成有多个孔，所述多孔板塔的特征在于，至少满足以下条件中的一种：

垂直相邻设置的两个无降液管的多孔板的盲率为  $0.2$  或更高，和  
在相同的阶段使用两个或更多个无降液管的多孔板时，分属相邻多孔板的两个最靠近的孔的中心距离在  $50-150\text{ mm}$  范围内。



5、如权利要求 4 所述的无降液管的多孔板塔，其特征在于，

所述无降液管的多孔板的厚度在 2—8 mm 范围内，

所述多孔板的开孔率在 10—30% 范围内。

6、如权利要求 5 所述的无降液管的多孔板塔，其特征在于，

所述无降液管的多孔板的孔径  $d$  在 10—25 mm 范围内，相邻两个孔的中心距离在  $1.2d$ — $3d$  范围内。

7、如权利要求 6 所述的无降液管的多孔板塔，其特征在于，

垂直相邻设置的无降液管的多孔板之间的间隔在  $0.1D$ — $0.5D$  的范围内，其中  $D$  为塔径，

各多孔板的水平公差不超过 8 mm。

8、使用无降液管的多孔板塔进行蒸馏的方法，所述多孔板塔包括在多个阶段处分别设置的多个无降液管的多孔板，所述无降液管的多孔板形成有多个孔，所述蒸馏方法的特征在于，至少满足以下条件中的一种：

相对于塔的截面积，湿润液体的量为  $0.3 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$  或更高，

相对于孔面积总和，湿润液体的量为  $1 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$  或更高，

在相同的阶段使用多个无降液管的多孔板时，分属相邻多孔板的两个最靠近的孔的中心距离在 50—150 mm 范围内。

9、如权利要求 8 所述的蒸馏方法，其特征在于，

所述无降液管的多孔板的孔径  $d$  在 10—25 mm 范围内，板厚在 2—8 mm 范围内，开孔率在 10—30% 范围内，而且相邻两个孔的中心距离在  $1.2d$ — $3d$  范围内。

10、如权利要求 8 或 9 所述的蒸馏方法，其特征在于，其用于蒸馏易聚合的化合物或者包含易聚合化合物的液体。

---

11、如权利要求 10 所述的蒸馏方法，其特征在于，所述易聚合的化合物是选自于（甲）丙烯酸及其酯中的至少一种。

# 说明书

---

## 无降液管的多孔板，无降液管的多孔板塔及蒸馏方法

本发明涉及无降液管的多孔板，无降液管的多孔板塔及蒸馏方法，更具体而言本发明涉及无降液管的多孔板，该多孔板能够长时间地稳定蒸馏易聚合的化合物如（甲）丙烯酸以及包含此等易聚合之化合物的液体（以下总称为“易聚合的化合物”），并同时有效地抑制聚合物的形成；无降液管的多孔板塔，其装有所述无降液管的多孔板；以及使用所述无降液管的多孔板塔进行蒸馏的方法。

为制造商品，制造领域中的惯例是在氧或聚合反应抑制剂存在下蒸馏并精制易聚合的化合物，如（甲）丙烯酸或其酯，其中氧或聚合反应抑制剂的作用是防止化合物的聚合反应。另外，在蒸馏中使用无降液管的多孔板以及装配所述多孔板的无降液管的多孔板塔是众所周知的。

除那些用于将多孔板固定在支撑架、支撑环等上的夹具、螺栓等的孔外，每个设置在此等无降液管的多孔板塔中的无降液管的多孔板还都有几乎均匀地形成在该多孔板上的孔。通常情况下，所述孔（开孔）是用冲压机或钻头形成的。在无降液管的多孔板中，除其他因素外，孔径、孔形、板厚、以及开孔率方面的规格对于提高性能是非常重要的因素，在将无降液管的多孔板设置在无降液管的多孔板塔中时，板与板的间隔及水平公差也是非常重要的，这对于本领域技术人员是

已知的（见：桥本他，“无降液管的多孔板的特性”化学工学，第 34 卷，567—571，1970；以及朝仓书店的“蒸馏工学手册”，1966）。

但是在某些情况下，使用常规无降液管的多孔板塔蒸馏例如（甲）丙烯酸会导致聚合物的形成，该聚合物在运行中止后需要用手工或者化学方法除去。

因此，为解决上述问题，如下所述已提出了在使用无降液管的多孔板塔进行蒸馏期间分别实现具体状态以进一步防止聚合反应的技术方案。各技术方案是针对通过使用聚合反应抑制剂（稳定剂）来更好地抑制聚合反应。

第一状态是用包含易聚合的化合物的液体湿润无降液管的多孔板塔的内部的状态。其目的是在于通过气相部分与液相部分的接触而使气相部分与聚合反应抑制剂相接触，因为聚合反应抑制剂主要存在于液相部分（液体部分）中，而较少地存在于气相部分（气体部分）中。

第 3,717,553 号美国专利公开了一种实现第一状态的具体技术的例子，其中多孔板上接近塔内壁的孔形成为具有狭长的直径或者形成狭缝，由此使得塔的内壁和多孔板的里侧可完全用液体湿润。

第 3,988,213 号美国专利公开了一种与实现第一状态的技术相反的技术，其是防止在塔壁上发生聚合反应的技术，其中通过设置夹套使塔壁的温度保持高于气相部分的温度，以防止不包含聚合反应抑制剂的气体冷凝并在塔壁上聚合。

第二状态是防止气体和/或液体流发生偏流和滞留的状态。其目的是在于防止由于偏流和滞留的流体导致聚合反应抑制剂不均匀地分布

或不充分地分散。

日本专利申请特开平 10-212249 号公报以及相应的欧洲专利申请公开 0 856 343 A1 披露了实现第二状态的具体技术方案例子，其中冲击支撑环（多孔板支撑件）以形成孔，支撑环上的液体可经由该孔顺利地向下流动。日本专利申请特开平 10-76103 号公报公开了实现第二状态的具体技术方案的另一个例子，其中无降液管的多孔板与塔壁有 1-15 mm 的间隔，以防止液流在接近塔壁时的偏流和滞留。

这些技术都能够在一定程度上防止聚合物的形成，但还不充分。虽然常规技术已成功通过塔和多孔板中的额外具体设计实现了第一状态或第二状态，但仍不能同时并牢靠地实现这两种状态。

其他问题是，如上所述设置夹套就需要在设备上有更大的投资，并对温度进行严格的控制，这是非常不实际的。进一步针对上述夹套法而言，塔壁不被湿润（保持干燥）以防止气体的冷凝，由此实现了与第一状态相反方向的状态。

因此，仍需要同时并牢靠地实现第一状态和第二状态的蒸馏技术，并最终更有效地防止聚合物的形成，而且可长时间地进行稳定的蒸馏。

鉴于上述问题，本发明的目的在于提供无降液管的多孔板、无降液管的多孔板塔、以及蒸馏方法，它们能够有效地防止聚合物的形成，长时间稳定地蒸馏易聚合的化合物如（甲）丙烯酸，而且它们特别适合于用于易聚合化合物如（甲）丙烯酸的蒸馏。

本发明的发明者为实现上述目的进行了艰苦的努力，其结果是发现，如果（i）将无降液管的多孔板的厚度和开孔率以及孔径和孔的间

隔调节在特定的范围内，(ii) 将设置在塔中的无降液管的多孔板之间的间隔和该多孔板的斜度（水平公差）、以及如果在相同的阶段使用多个无降液管的多孔板时两个最靠近的孔之间的距离调节在特定的范围内，及 (iii) 在特定条件下使用无降液管的多孔板塔进行蒸馏，即可牢靠地实现第一状态和第二状态，以便长时间地进行稳定蒸馏，有效地防止聚合物的形成，并由此完成了本发明。

更具体而言，为实现上述目的，根据本发明的无降液管的多孔板满足以下条件（a）—（d）：

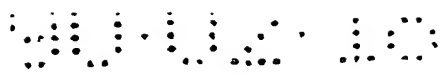
- (a) 孔径  $d$  在 10—25 mm 范围内,
- (b) 两个相邻孔之间的中心距离在  $1.2d$ — $3d$  范围内,
- (c) 板厚在 2—8 mm 范围内,
- (d) 开孔率在 10—30% 范围内。

液管的多孔板，并满足以下条件：

- (h) 各多孔板的水平公差不得超过 8 mm,
- (i) 在相同的阶段使用多个无降液管的多孔板时, 分属相邻无降液管的多孔板的两个最靠近的孔有 50—150 mm 范围内的距离。

通过满足上述条件的特定的无降液管的多孔板或者无降液管的多





孔板塔蒸馏易聚合的化合物至少具有以下优点：

(1) 气体和液体在无降液管的多孔板上均匀地流动，使得液体的浓度梯度更小，而且聚合反应抑制剂的浓度分布更均匀。

(2) 气体和液体可无偏流地平稳流动，而且滞留发生的时间相对较短。

(3) 无降液管的多孔板以及塔的内壁可被包含聚合反应抑制剂的液体湿润。因此，塔的内侧几乎完全被湿润，而没有剩下干燥的部分。

(4) 液体不滞留在无降液管的多孔板上。

根据本发明及其上述优点，可同时且确实有效地实现第一状态和第二状态，并有效地防止聚合物的形成。

为更完全地理解本发明的实质和优点，现参考附图对其进行更为详细的描述。在附图中：

图 1 是显示根据本发明之一实施方案的无降液管的多孔板的结构的截面图。

图 2 (a) — 图 2 (e) 是显示图 1 之无降液管的多孔板中孔形状的截面变化的说明图。

图 3 是显示根据本发明之一实施例的无降液管的多孔板塔的截面的说明图，该多孔板塔装有图 1 所示的多孔板。

图 4 是显示由设置在相同阶段的多个多孔板组装成的大面积多孔板的说明图。

图 5 (a) 是显示在图 4 所示的无降液管的多孔板塔中在相同的阶段使用多个多孔板时相邻多孔板的连接部分的构造的说明图，而图 5

(b) 是显示分属相邻多孔板上的两个最靠近的孔之间的中心距离 ( $L_2$ ) 的说明图。

图 6 (a) 和图 6 (b) 是显示多孔板之间的连接部分的构造的说明图：图 6 (a) 相应于沿图 4 和图 5 (a) 所示之大面积多孔板的 B—B 线的截面图，而图 6 (b) 相应于沿图 4 和图 5 (a) 所示之大面积多孔板的 A—A 线的截面图。

图 7 是显示在图 3 所示之无降液管的多孔板塔中与下段多孔板的孔相重叠的上段多孔板的孔的说明图，该上段多孔板的孔用作计算盲区 (blind ratio) 的基础。

图 8 是显示在图 4 所示之大面积多孔板中偶数板相对于奇数板的设置方向的说明图。

以下将参考附图讨论根据本发明的实施方案。在此需注意的是，在以后的某些情况下，无降液管的多孔板将简单地称为多孔板，而无降液管的多孔板塔则简单地称为多孔板塔。

图 1 是显示作为本发明之一个实施方案的无降液管的多孔板 1 的说明图。如图 1 所示，根据本发明的多孔板 1 开有多个孔 2，这些孔具有基本上相同的直径，而且相互分开基本上相同的距离，该距离满足以下条件 (b)。对于孔 2，条件 (a) — (d) 具体为：

(a) 孔径  $d$  在 10—25 mm 范围内，优选在 12—22 mm 范围内。

(b) 相邻的两个孔 2 之间的中心距离  $L_1$  在  $1.2 d$ — $3 d$  范围内，优选在  $1.5 d$ — $2.5 d$  范围内。

(c) 多孔板的厚度在 2—8 mm 范围内，而且优选在 2—4 mm 范



围内。

(d) 开孔率在 10—30% 范围内，优选在 12—27% 范围内。

在本发明中，开孔率是指多孔板 1 的孔 2 面积总和与其中设置有多孔板 1 的塔（无降液管的多孔板塔）的横截面积的比率（百分数）。

因此，开孔率可用以下等式表示：

$$\text{开孔率}(\%) = (P/Q) \times 100$$

其中 P 是孔 2 面积的总和（总体而言孔 2 的总和为开孔部分），而 Q 是其中设置多孔板 1 的塔的横截面积。

在某些情况下，多孔板 1 在其周边不能容纳满足条件（a）和（b）的孔 2。如果是此情况，可形成更小的孔，而无需满足条件（a）和（b）。该构造能够使气流和液流到达多孔板 1 的周边，防止液流滞留，并由此防止形成聚合物。

使用装有根据条件（a）—（d）的多孔板 1 的塔，即可蒸馏易聚合的化合物，并同时有效地防止聚合物的形成。以下将讨论其原因。

假设开孔率固定在某一个值上，低于 10 mm 的孔径不能使液体顺利地由孔 2 中流下，并增加了发生聚合反应的可能性。相反地，超过 25 mm 的孔径导致液流滞留在相邻孔 2 之间形成的大面积空间中，并增加了发生聚合反应的可能性。

相邻孔 2 之间的中心距离 L1 如果低于 1.2 d，将使气体和液体流动状态恶化。超过 3 d 的中心距离 L1 则导致液流滞留在相邻孔 2 之间

形成的大面积空间中，并增加发生聚合反应的可能性。

低于 2 mm 的板厚会使多孔板 1 产生振动，并由此在多孔板 1 上形成液体梯度，增加多孔板 1 发生部分干燥的可能性。超过 8 mm 的板厚导致液流滞留在孔 2 中，并增加发生聚合反应的可能性。

假设孔径固定在某一个值上，低于 10% 的开孔率导致液流滞留，并增加发生聚合反应的可能性。相反地，超过 30% 的开孔率使气体和液体流动状态恶化，并增加发生聚合反应的可能性。

在使用根据本发明之无降液管的多孔板 1 的技术中，使一些液体由孔 2 中流下，并使气体由孔 2 中向上流动，同时在多孔板 1 上保留一些液体，由此使易聚合的化合物进行气液接触。因此，必须控制由孔 2 中通过的液体和气体的流动，以产生所希望的但用常规技术极其难以实现的状态。

在本发明中，由于满足所有的上述条件 (a) — (d)，经由孔 2 之液体的向下流动和气体的向上流动都可良好地控制，以实现所希望的状态并最终确实地实现气体和液体的接触。另外，当合适地控制由孔 2 中流过的气流和液流时，液体以适当的方式保留在多孔板 1 上，更均匀地分散在多孔板 1 上，并充分地湿润装有多孔板 1 的无降液管的多孔板塔的内表面。

因此，在本发明中，使用满足上述条件 (a) — (d) 的多孔板 1 可同时并牢靠地实现第一状态和第二状态，其中第一状态是装有多孔板 1 的无降液管的多孔板塔的内壁被液体湿润，而第二状态是防止气体和液体偏流和滞留。由此可更好地防止聚合反应。



多孔板 1 的孔 2 如前所述使用冲压机、钻头等形式；因此，如图 2 (a) 所示，孔 2 的边缘 2a 在形成孔 2 后发生反卷。如果原样保留反卷突出部分 2b，则会干扰平顺的液体流动，产生滞留，并增加发生聚合反应的可能性。

因此，对于根据本发明的多孔板 1，优选将所述反卷突出部分 2b 除去。更优选的是，如图 2 (b) 所示，在上侧或下侧或者在上、下两侧将孔边缘 2a 制成平滑的曲面形状。曲面的大小和形状没有任何限制，只要有利于液体的向下流动即可。图 2 (d) 显示了一个此等实施例，其中孔边缘 2a 被切成多边形。另外，平滑的曲面边缘虽然是优选的，但并非必须的：代替平滑的曲面形状，可如图 2 (e) 所示孔边缘 2 (a) 在上侧和下侧都是平坦的。

综上所述，在根据本发明的无降液管的多孔板 1 中，除条件 (a) — (d) 外，以下条件 (e) 和 (f) 中应至少满足一个。在满足这些条件时，可更好地实现第一和第二状态；由此在蒸馏易聚合的化合物中更有效地防止聚合物的形成。

(e) 多孔板 1 的表面基本上是平的。

(f) 孔 2 的边缘至少在上侧或下侧是曲面形状的。

注意在条件 (a) — (f) 中，满足条件 (b) 是特别优选的，并使根据本发明的无降液管的多孔板 1 更优于常规技术。

以下讨论根据本发明的无降液管的多孔板塔。如图 3 所示，本发明的无降液管的多孔板塔 3 根据以下具体条件装有两个或更多个状如隔板的多孔板 1。

(g) 垂直相邻设置的多孔板 1 之间的间隔  $H$  在  $0.1D-0.5D$  的范围内，其中  $D$  为塔径。

(h) 各多孔板 1 的水平公差常规  $8\text{ mm}$ ，优选不超过  $4\text{ mm}$ 。也就是说，该水平公差优选低于  $8\text{ mm}$ ，更优选低于  $4\text{ mm}$ 。

(i) 在相同的阶段使用多个多孔板 1 时，分属相邻的多孔板 1 的两个最靠近的孔 2 之间的中心距离  $L_2$  在  $50-150\text{ mm}$  范围内，优选为  $50-100\text{ mm}$ 。

在图 3 中，塔 3 中最上侧的板定义为第一段板，其中处于奇数段处的多孔板 1 标注为 1a，而处于偶数段处的多孔板 1 标注为 1b。

另外，如图 3 所示，在塔 3 的侧面设置进料口 3a、蒸汽入口 3b 和回流口 3c，在塔 3 的顶部设置蒸汽出口 3d，并在塔 3 的底部设置液体出口 3e。在图 3 中，进料口 3a 设置在塔 3 的中间部分处，回流口 3c 设置在最上段的多孔板 1 之上，而蒸汽入口 3b 设置在最下段的多孔板 1 以下。

进料口 3a 用于供给易聚合的化合物，并根据易聚合的化合物的液体组成设置在塔 3 的顶部、中间部分或底部。蒸汽出口 3d 与冷凝器（未示出）连接。易聚合化合物的蒸汽（气体）通过蒸汽出口 3d 排出，并在冷凝器中冷凝。部分液体被抽出，而剩余部分则通过回流口 3c 重新引入塔 3 中。

液体出口 3e 与再沸器（未示出）连接。易聚合的化合物（液体）通过液体出口 3e 被从塔 3 中抽出。抽出部分液体，同时将剩余部分送入再沸器中，在此重新煮沸所述液体。重新沸腾的易聚合化合物，包

括气体和液体的混合物，通过蒸汽入口 3b 重新引入塔 3 中。

上述向塔中提供并重新引入气体和易聚合化合物的液体的构造仅是一个简单的例子，对其不存在任何限制，而且任何常规构造都可合适地用于替换该实施例。

如果塔 3 中垂直相邻设置的多孔板 1 之间的间隔 H（如图 3 所示）低于  $0.1D$ （即、低于塔直径的 10%），气流则有可能偏流，并增加发生聚合反应的可能性。如果该间隔 H 超过  $0.5D$ （即、塔直径的 50%），气流则会长时间地滞留，增加气相部分中发生聚合反应的可能性。

如果多孔板 1 的水平公差超过 8 mm，多孔板 1 上的液体梯度就会增加，导致气流和液流发生较大程度的偏流，增加发生聚合反应的可能性。所述水平公差定义为多孔板 1 中最高点和最低点之间的差。水平公差是使用水压计通过超过方法测量的。

对根据本发明的多孔板 1 的形状没有具体的限制，例如，除如图 1 所示的圆形以外，多孔板 1 还可为半圆形、部分变形的圆形、扇形、或者方形。

如果无降液管的多孔板塔 3 具有相对较大的直径，可通常如图 4 所示在相同阶段设置两个或更多个多孔板 1，可考虑由人入口安装。换言之，大面积多孔板 11 是由多个多孔板 1 组装而成的。如果是这样的话，多孔板 1 可具有相同的形状或者具有不同的形状；例如一些多孔板 1 具有部分变形的圆形形状，而其他的则具有方形形状。

在图 4 中，21 块多孔板 1 包括 17 块基本上为长方形（大小不同）的多孔板 1 和 4 块基本上为三角形的多孔板 1，它们组成了一个圆形的

大面积多孔板 11。在图 4 中，为方便起见省略了孔 2。另外，多孔板 1 用支撑环 4a（图 4 中环状部位）和支撑架 4b（图 4 中横方向的线状部位）支撑。支撑环 4a 和支撑架 4b 构成支撑件，而且那些相当于支撑件的部分在图 4 中用点划线表示。在边缘处多孔板 1 与相邻多孔板 1 相重叠的部分 1d（图 4 中纵向线状部位）也用点划线表示。上述部分总称为固定区域。图 4 中示出的最外部代表塔壁 3f。

如果如上所述在相同阶段设置两个或更多个多孔板 1，如图 5（a）所示，多孔板 1 安装在支撑环 4a 和支撑架 4b（都为支撑件）上。在多孔板 1 之间的连接部分 1c 处，多孔板 1 的边缘紧密连接，在它们之间没有留下空间，并用夹具 5a 以及螺栓和螺母 5b（都是固定件）固定在支撑环 4a 和支撑架 4b 上，以保持紧密连接状态。应注意的是，在图 5（a）中，为方便说明而将多孔板 1 上形成的孔 2 的形状显示为菱形和三角形，其中菱形和三角形的顶点代表所述孔的中心。图 5（a）中所示的最外部代表塔壁 3f。

支撑环 4a 固定在塔壁上，以支撑多孔板 1 并构成大面积多孔板 11 的边缘。支撑架 4b 如桥一样设置在塔 3 截面中，以支撑连接部分 1c。夹具 5a 将多孔板 1 固定在支撑环 4a 上。螺栓和螺母 5b 将多孔板 1 固定在支撑架 4b 上。

另外，如果如上所述在相同阶段处设置两个或更多个多孔板 1，还如图 5（b）所示，分属通过连接部分 1c 连接在一起的相邻多孔板 1 的两个最靠近的孔 2 之间的中心距离  $L_2$ （通过连接部分 1c 相邻的孔 2 之间的中心距离  $L_2$ ）设定在 50—150 mm 范围内，并优选为 50—100



mm。

在如图 4 所示的于相同阶段处设置多个多孔板 1 的结构中，两个相邻多孔板 1 之间的连接部分 1c 如图 6 (a) 和图 6 (b) 所示设置，其中图 6 (a) 是沿图 4 和图 5 (a) 中 B—B 线的截面图，而图 6 (b) 是沿图 4 和图 5 (a) 中 A—A 线的截面图。例如，两个多孔板 1 在其边缘处紧密放置在具有基本上水平上表面的支撑架 4b 上或者在其边缘处相互叠放在一起，然后通过垫圈 5c 用螺栓和螺母 5b 牢靠地固定。相当于图 4 中部分 1d 的区域相应于图 6 (a) 中通过螺栓和螺母 5b 固定在一起的相邻多孔板 1 的重叠部分。

因此，为将多个多孔板 1 连接在一起，每个多孔板 1 都必须在其边缘处有一固定区域，在该区域将多孔板 1 安装在支撑件如支撑架 4b 上，然后用固定件如螺栓和螺母 5b 固定，或者在其边缘处沿另一个多孔板 1 放置，然后用固定件固定。

所以，为在多孔板 1 之间形成空间，分属相邻多孔板 1 的两个最靠近的孔 2 之间的中心距离 L2 优选在上述范围内。如果该中心距离 L2 超过 150 mm，液体会滞留在多孔板 1 上，增加发生聚合反应的可能性。如果该中心距离 L2 低于 50 mm，多孔板 1 不能得到牢固地固定，使大面积多孔板 11 不具有足够的强度。

如果一些孔既不满足上述条件 (a) 也不满足条件 (b)，满足条件 (a) 和条件 (b) 的孔 2 与条件 (a) 或条件 (b) 都不满足的孔 2 之间的中心距离不应超过 150 mm。换言之，一个多孔板 1 上的孔 2 与其他多孔板 1 上的孔 2 之间的距离应尽可能地短。

在使用无降液管的多孔板塔 3，而且该塔装有满足条件 (g) — (i) 的上述两个或多个多孔板 1 时，能够在蒸馏如前所述的易聚合化合物时更好地控制气体和液体由多孔板 1 的孔 2 中的流通。再者，如果在不同的阶段设置多个多孔板 1，因为各多孔板 1 上的条件都是如上所规定的，所以能够确保塔 3 的内表面被湿润。

因此，如果条件 (g) — (i) 都满足，可确实地实现用液体湿润塔 3 的内表面的第一状态以及防止气体和液体偏流和滞留的第二状态。这样，总能够保持聚合反应抑制剂与气体和液体接触，由此使气相部分与所述聚合反应抑制剂相接触，并由于防止了偏流和滞留而充分地分散聚合反应抑制剂。因此，更好地抑制了聚合反应。为此原因也有效地防止了聚合物的形成。

在根据本发明之无降液管的多孔板塔 3 中，两个或更多个多孔板 1 优选满足条件 (j)，即、如下定义的盲率具体为 0.2 或更大，优选为 0.4 或更大，更优选为 0.6 或更大。

例如，如图 7 所示，用实线表示的位于上段处的多孔板 1 的孔 2 与用点划线表示的位于下段处的多孔板 1 的孔 2 重叠。因此，在两个多孔板 1 的孔 2 中产生重叠区域和未重叠区域（该图中用斜线表示）。在本发明中，多孔板 1 的盲率定义为在紧密相邻的多孔板 1 中多孔板 1 的孔 2 的未重叠面积总和除以多孔板 1 的孔 2（开口部分）的重叠和未重叠面积总和。

因此，在本发明中，分别垂直相邻设置的多孔板 1 的“盲率”用以下等式表示：

$$\text{盲率} = 1 - (S/T)$$

其中 S 是上段多孔板 1 的孔 2 与下段多孔板 1 的孔 2 相重叠的面积 (图 7 中用斜线表示) 总和, 而 T 是上段多孔板 1 的孔 2 面积总和与下段多孔板 1 的孔 2 面积总和中较小者。

在本发明中, 如上所述, 盲率优选为 0.2 或更高。如果盲率低于 0.2, 气体和液体会在相同的地方发生偏流, 增加发生聚合反应的可能性。特别是如果分别在相邻的上段和下段设置两个在孔径、相邻孔 2 之间的中心距离以及开孔率方面都相同的多孔板 1, 使得两个板的孔 2 相对设置时, 上段多孔板 1 的孔 2 与下段多孔板 1 的孔 2 完全重叠, 就会增加发生偏流的可能性。

因此, 根据本发明之无降液管的多孔板塔 3 装有两个或更多个多孔板 1, 该多孔板满足条件 (a) — (d), 优选进一步满足条件 (e), 更优选进一步满足条件 (f), 使得满足条件 (g) — (i), 优选进一步满足条件 (j)。为此原因, 根据本发明之无降液管的多孔板塔 3 能够在蒸馏易聚合的化合物时有效地抑制聚合物的形成。

当在根据本发明的无降液管的多孔板塔 3 中安装如图 4 所示的多个相同的大面积多孔板 11 时, 为满足条件 (j), 处于偶数段处的那些大面积多孔板 11b (相当于图 3 中的多孔板 1b) 优选与处于奇数段处的那些大面积多孔板 11a (相当于图 3 中的多孔板 1a) 形成约 90 度的偏转角度; 图 8 显示了此等结构的一个实施例。



在根据本发明的蒸馏方法中，优选满足以下详细描述的条件 (k) 和 (m) 之一，更优选同时满足这两个条件。

(k) 相对于塔的截面积，湿润液体的量为  $0.3 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$  或更高，优选为  $1 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$  或更高。

(m) 相对于孔 2 的面积总和，湿润液体的量为  $1 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$  或更高，优选为  $3 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$  或更高。

该设计可更有效地防止聚合物的形成。湿润液体的量在此定义为每小时送入多孔板 1 的液体体积 ( $\text{m}^3$ ) 除以塔的截面积或者孔 2 的面积总和。

如果湿润液体的量相对于塔的截面积低于  $0.3 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$  或者相对于孔 2 的面积总和低于  $1 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ ，部分多孔板 1 就会干燥，使得稳定剂不能均匀地分布，增加了发生聚合反应的可能性。

换言之，在根据本发明的蒸馏方法中，如果满足条件 (k) 或 (m)，可确保塔 3 的内表面被湿润，而且湿润液体的量是合适的；因此，在多孔板 1 上可存留合适量的液体，使合适的液流和气流由孔 2 中通过。简言之，如果满足条件 (k) 和/或 (m)，可确保满足用液体湿润塔 3 之内表面的第一状态以及防止气流和液流偏流和滞留的第二状态；因此，可更有效的防止聚合物的形成。

在以下具体的实施例和比较例中将更为详细地说明本发明。以下实施例和比较例代表了满足所有条件 (a) — (k) 和 (m) 的最佳方式，但它们并不是用于限制本发明的范围。换言之，在本发明中，在如上所述的各种蒸馏操作中应至少满足上述条件中的一个基本条件。

### 实施例 1

根据满足条件 (k) 和 (m) 的方法, 用满足条件 (g) — (j) 的无降液管的多孔板塔蒸馏丙烯酸, 该塔装有满足条件 (a) — (d) 的无降液管的多孔板, 而该多孔板具有上侧边缘为平坦、下侧边缘为曲面的孔 2 (即、满足条件 (e) 和 (f))。

条件 (a): 孔径  $d=18\text{ mm}$

条件 (b): 相邻孔之间的中心距离  $L1=32\text{ mm}$

条件 (c): 板厚  $=3\text{ mm}$

条件 (d): 开孔率  $=18\%$

条件 (g): 多孔板之间的间隔  $H=0.25\text{ D}$  (D: 塔径)

条件 (h): 水平公差  $=3\text{ mm}$

条件 (i): 分属相邻多孔板的两个最靠近的孔之间的中心距离  $L2=80\text{ mm}$

条件 (j): 盲率  $=0.65$

条件 (k): 湿润液体的量 (相对于塔的截面积)  $=1.0\text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$

条件 (m): 湿润液体的量 (相对于孔面积总和)  $=5.0\text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$

也就是说, 在装有 30 块板的塔的中部送入由 85 重量%丙烯酸和 14 重量%乙酸组成的液体, 该系统在以下条件下运行 2 个月: 塔顶绝对压力为  $5.3\text{ kPa}$  ( $40\text{ mmHg}$ ), 塔顶温度为  $44^\circ\text{C}$ 。由塔顶加入作为聚合反应抑制剂的氢醌, 其量相对于塔顶蒸汽流速为  $100\text{ ppm}$ 。另外, 将预定量的含氧气体送入塔底。运行完毕后, 检测塔内部, 其结果见表 1

所示。

### 比较例 1—13

按照与实施例 1 相同的方式蒸馏丙烯酸，不同之处在于，如表 1 所示变化无降液管的多孔板的条件 (a) — (d)、孔的表面形状条件 (e) 和 (f)、无降液管的多孔板塔的条件 (g) — (j)、以及蒸馏操作的条件 (k) 和 (m)，对比例 1—13 的结果都参见表 1 所示。用以下等式计算蒸馏操作的条件 (m)：

$$\text{条件 (m)} = \text{湿润液体的量} / \{\text{开孔率}/100\}$$

其中湿润液体的量具体见条件 (k)，而开孔率见条件 (d)。

表1

条件	(a)	(b)	(b)/(a)	(c)	(d)	(e)·(f)	(g)	(h)	(i)	(j)	(k)	(m)	塔内聚 合物量
单位	mm	mm	—	mm	%	—	%	mm	mm	—	m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> h	m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> h	kg
实施例1	18	32	1.78	3	20	图2(b)	25	3	80	0.65	1	5.0	0.7
比较例1	8	12	1.50	3	10	图2(b)	25	3	80	0.65	1	10.0	11.3
比较例2	30	90	3.00	3	20	图2(b)	25	3	80	0.65	1	5.0	2.6
比较例3	18	60	3.33	3	10	图2(b)	25	3	80	0.65	1	10.0	7.0
比较例4	18	32	1.78	9	20	图2(b)	25	3	80	0.65	1	5.0	28.9
比较例5	18	50	2.78	3	8	图2(b)	25	3	80	0.65	1	12.5	29.6
比较例6	18	22	1.22	3	32	图2(b)	25	3	80	0.65	1	3.1	4.0
比较例7	18	32	1.78	3	20	图2(b)	8	3	80	0.65	1	5.0	10.1
比较例8	18	32	1.78	3	20	图2(b)	55	3	80	0.65	1	5.0	7.9
比较例9	18	32	1.78	3	20	图2(b)	25	9	80	0.65	1	5.0	48.2
比较例10	18	32	1.78	3	20	图2(b)	25	3	160	0.65	1	5.0	15.2
比较例11	18	32	1.78	3	20	图2(b)	25	3	80	0.15	1	5.0	17.6
比较例12	18	32	1.78	3	20	图2(b)	25	3	80	0.65	0.15	0.8	20.9
比较例13	18	32	1.78	3	20	图2(a)	25	3	80	0.65	1	5.0	5.8

※(e)·(f)：孔的表面形状



由以上表 1 的结果可以清楚看到，如果根据本发明满足所述条件，在蒸馏丙烯酸时形成的聚合物的量低于 1 kg。相反地，如果不满足根据本发明的条件，则产生 2.5 kg 以上量的聚合物。

如目前所讨论的，在使用满足本发明之条件的无降液管的多孔板和无降液管的多孔板塔或者使用根据本发明的蒸馏方法时，可同时确保实现第一状态和第二状态；可长时间地稳定蒸馏易聚合的化合物和包含易聚合化合物的液体，同时有效地防止聚合物的形成。

虽然已如上描述了本发明，但显而易见的是还可对其进行多种改变。所述改变不应视为偏离本发明的精神和范围，而且所有此等对于本领域技术人员是显而易见的改变都应包括在以下权利要求书的范围内。

## 说明书附图

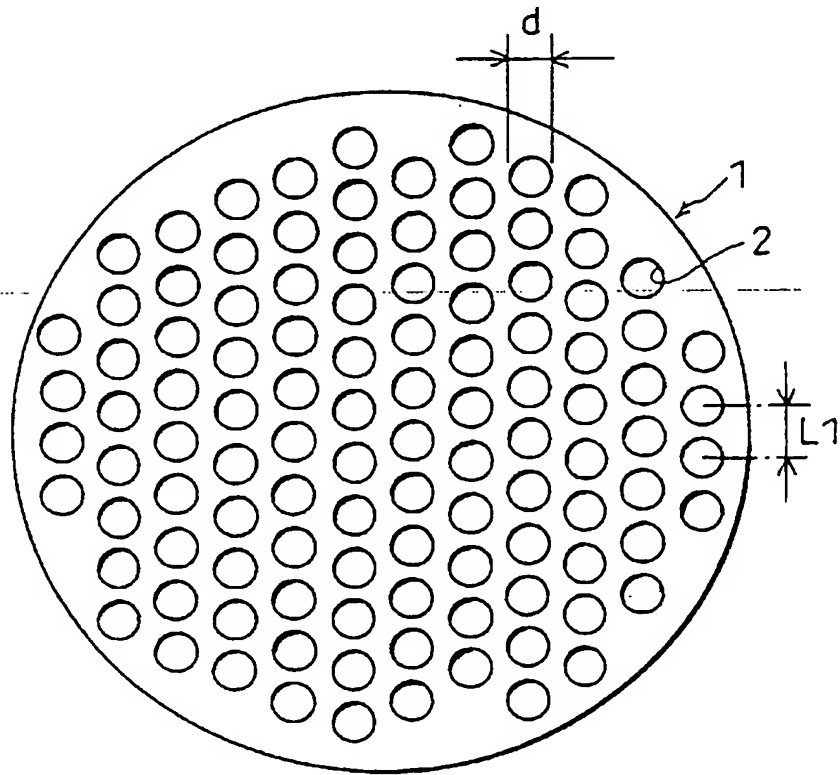


图1

图2(a)

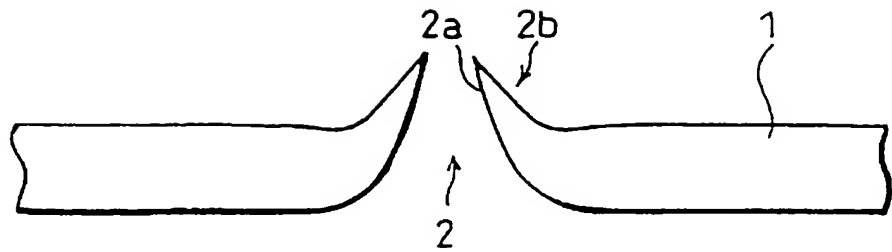


图2(b)

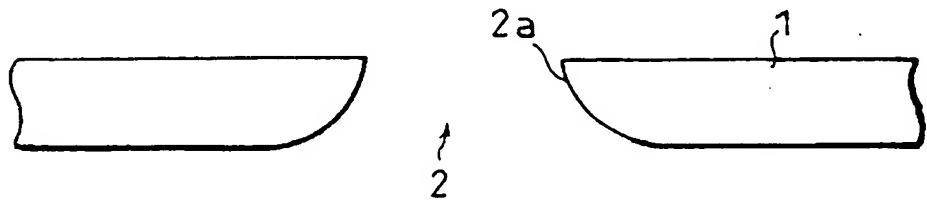


图2(c)

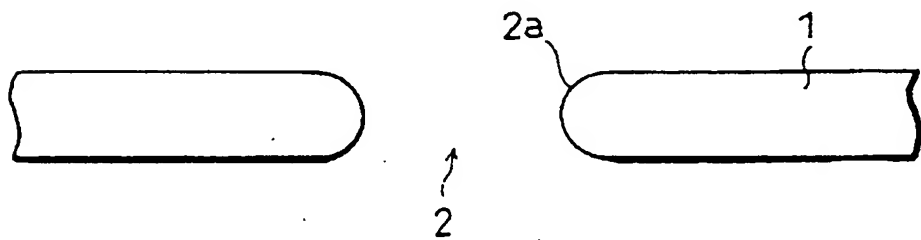


图2(d)

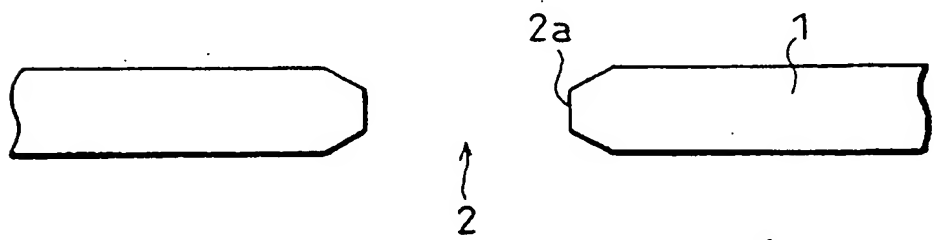
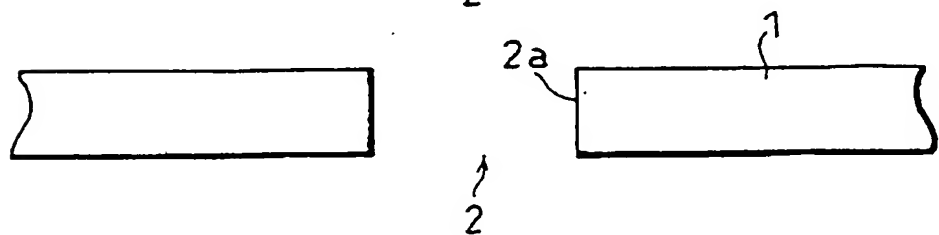


图2(e)



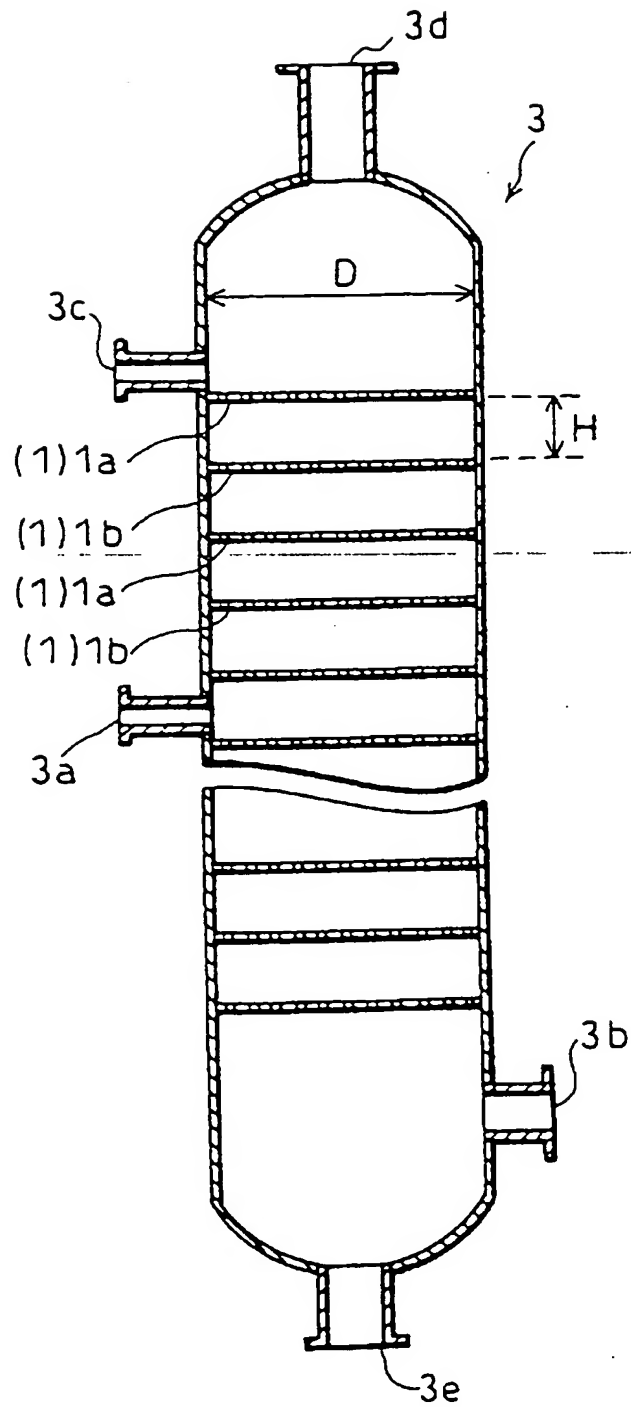


图 3

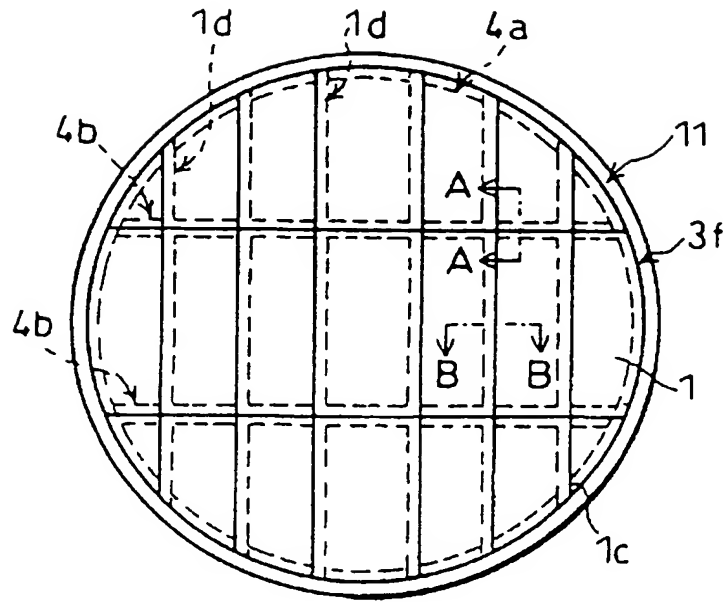


图4

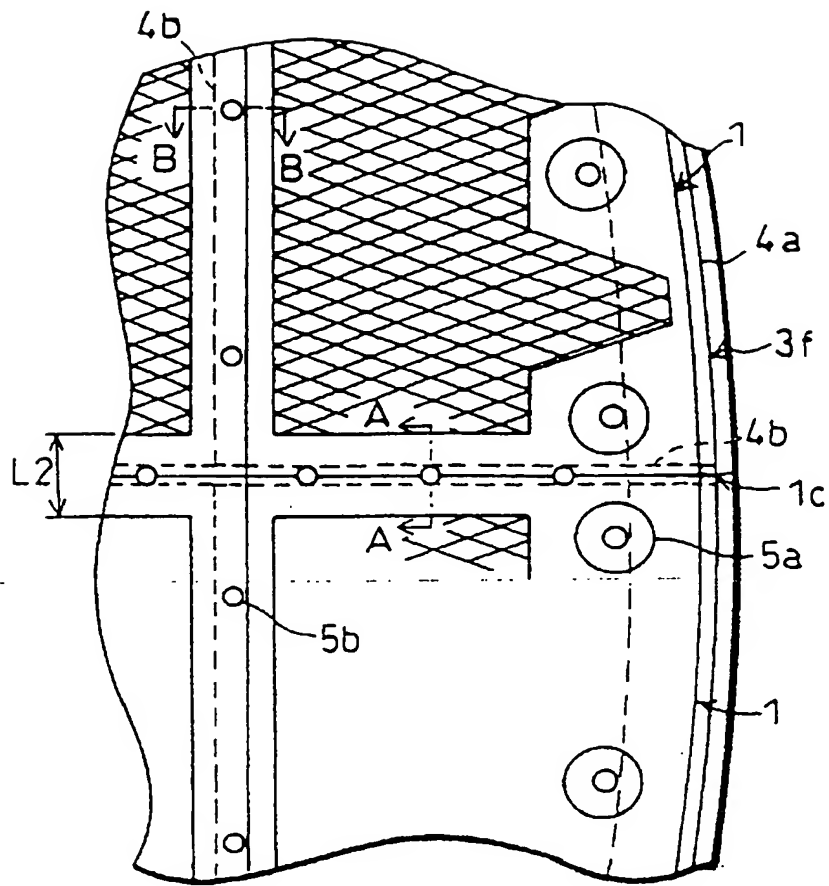


图5 (a)

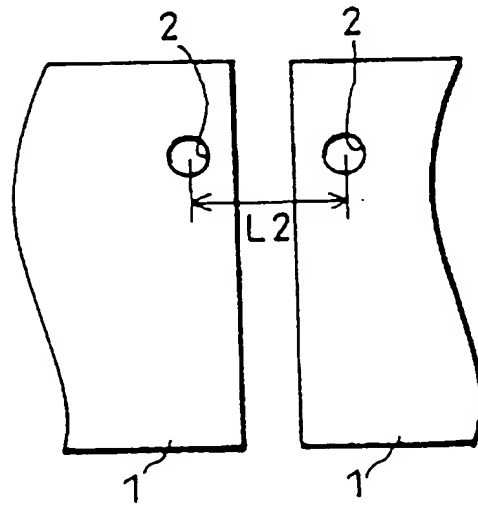


图5 (b)

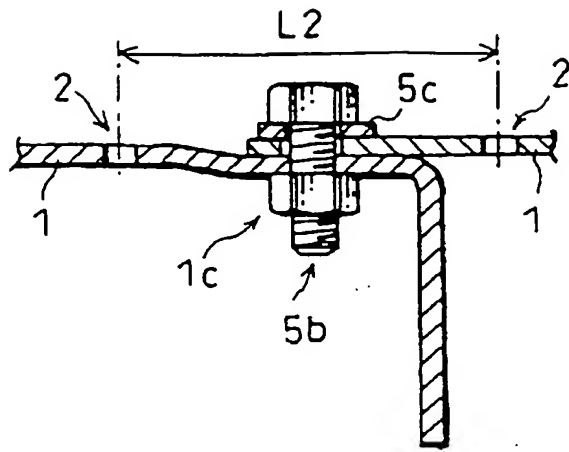


图6 (a)

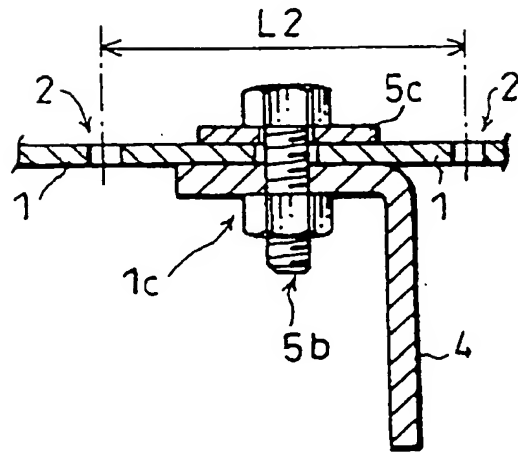


图6 (b)

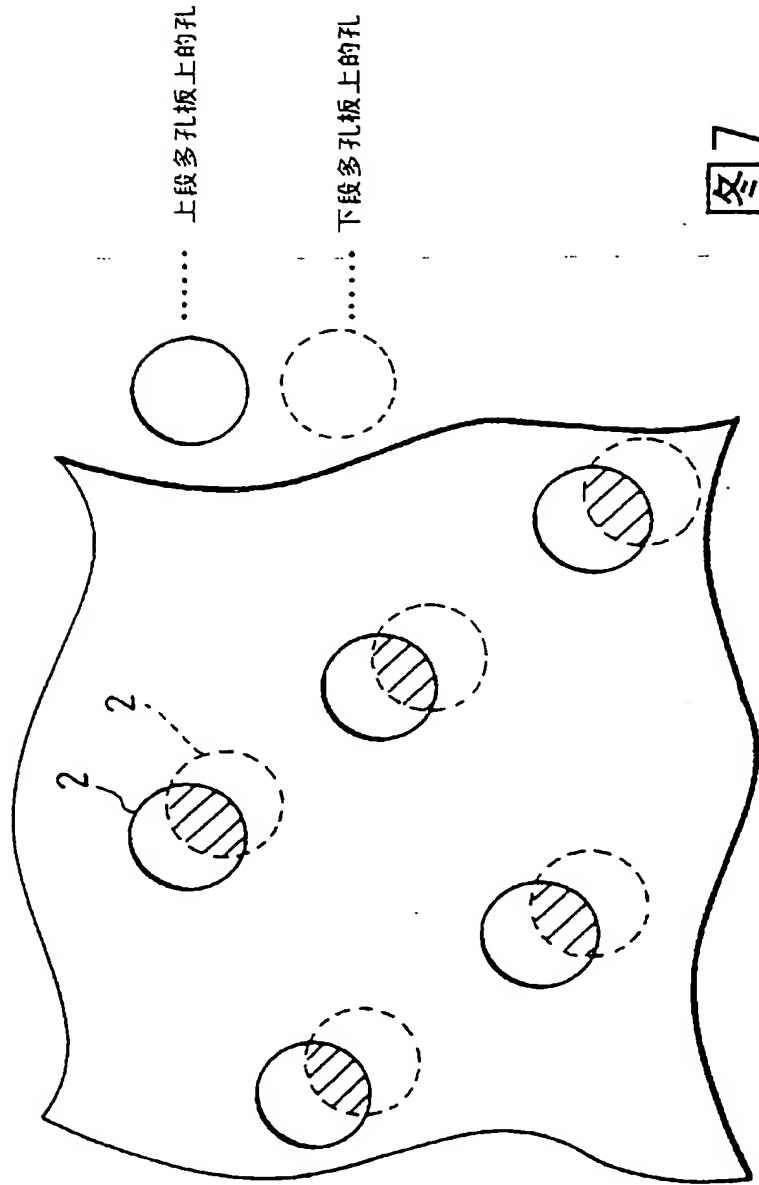


图7



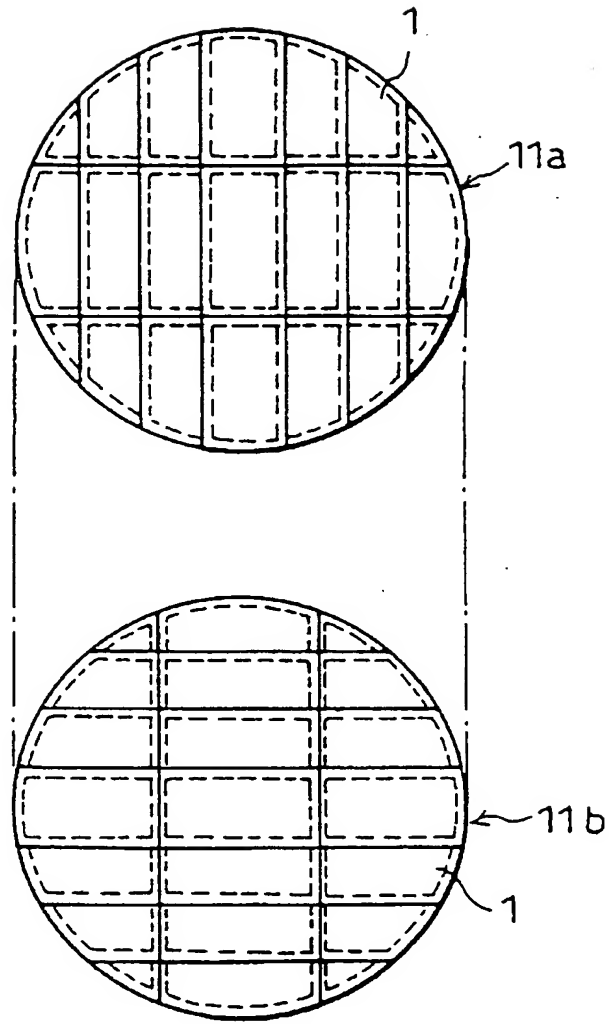


图8

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**